

МОДЕРНИЗАЦИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ МАТЕРИАЛОВ В СРЕДЕ ВОДОРОДА ПРИ ПОВЫШЕННОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

М.С. Сыртанов, Г.В. Гаранин, Е.Б. Кашкаров, Т.Л. Мурашкина
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: mss12@tpu.ru

Для понимания механизмов гидридного охрупчивания конструкционных материалов, эксплуатируемых в водородсодержащих средах при повышенных температурах, а также причин снижения сорбционной емкости материалов-накопителей водорода в процессах гидрирования/дегидрирования необходима детальная информация об изменениях структурно-фазового состояния материалов непосредственно при контакте с водородом [1-3]. Такая информация может быть получена из *in situ* дифракционных данных с разрешением по времени [4]. На сегодняшний день подавляющее большинство таких данных получают на источниках синхротронного излучения (СИ). Источники СИ в свою очередь являются ускорителями со сложными системами инжекции, коллимации и вывода пучка электронов, что существенно ограничивает доступность их применения. Более того, время на проведение экспериментов с использованием СИ строго ограничено. Однако, развитие систем коллимации пучка, высокоскоростных детекторов фотонов, а также большого числа специализированных приставок и держателей образцов лабораторных рентгеновских дифрактометров дает возможность проводить измерения в режиме *in situ* с разрешением по времени [5]. Несмотря на это, лабораторные дифрактометры, позволяющие исследовать структурные и фазовые изменения материалов в процессах наводороживания при повышенных температурах, не достаточно разработаны. В связи с этим, целью настоящей работы является модернизация рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD 7000S для *in situ* исследований структурно-фазовых превращений в материалах в среде водорода при повышенных температурах.

В настоящей работе была проведена модернизация лабораторного рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD 7000S для *in situ* исследований структурно-фазового состояния гидридообразующих материалов в процессе насыщения водородом при повышенной температуре. Была разработана система контролируемой подачи водорода, а также проведена калибровка высокотемпературной камеры по материалам с известными фазовыми переходами. Апробация модернизированной системы была проведена на конструкционных материалах, используемых в авиационной промышленности (технически чистый титан марки BT1-0, титановый сплав Ti-6Al-4V) и атомной энергетики (циркониевый сплав Zr1%Nb). Более того, представлены дифракционные данные о фазовых переходах в титановом сплаве Ti-6Al-4V, полученном электронно-лучевым сплавлением (ЭЛС). В результате проделанной работы было уточнено время жизни метастабильной фазы γ гидрида титана в технически чистом титане в процессах наводороживания при 500 °C и термостимулированного выхода водорода в диапазоне температур (30-800) °C. Также установлено, что при газофазном наводороживании сплава Zr1%Nb сопровождается фазовым переходом α -Ti \rightarrow δ -TiH, скорость формирования которого увеличивается вдвое с ростом температуры от 350 до 450 °C. Выявлено, что наводороживание ЭЛС сплава Ti-6Al-4V до 0,6 масс.% сопровождается образованием фаз β -Ti и α_2 на основе интерметаллида Ti₃Al. Полученные дифракционные данные хорошо коррелируют с результатами сорбции водорода и просвечивающей электронной микроскопии.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования, проект № FSWW-2021-0017

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Suwarno S. et al. High temperature hydrogenation of Ti-V alloys: The effect of cycling and carbon monoxide on the bulk and surface properties // *International Journal of Hydrogen Energy*. – 2016. – Vol. 41, No. 3. – P. 1699–1710.
2. Sun P. et al. An experimental study of the (Ti-6Al-4V)-xH phase diagram using *in situ* synchrotron XRD and TGA/DSC techniques // *Acta Materialia*. – 2015. – Vol. 84. – P. 29–41.
3. Laptev R. et al. Hydrogenation-induced microstructure changes in titanium // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2015. – Vol. 645. – P. S193–S195.
4. Bösenberg U. et al. Characterization of metal hydrides by *in-situ* XRD // *International Journal of Hydrogen Energy*. – 2014. – Vol. 39, No. 18. – P. 9899–9903.